

潤滑グリースの流動特性に関する研究

著者	星野 道男
号	464
発行年	1979
URL	http://hdl.handle.net/10097/11413

氏 名	星 野 道 男
授 与 学 位	工 学 博 士
学位授与年月日	昭和 54 年 12 月 5 日
学位授与の根拠法規	学位規則第 5 条第 2 項
最 終 学 歴	昭和 35 年 3 月 東北大学大学院工学研究科応用化学専攻修士課程修了
学 位 論 文 題 目	潤滑グリースの流動特性に関する研究
論 文 審 査 委 員	東北大学教授 玉井 康勝 東北大学教授 梅屋 薫 東北大学教授 大谷 茂盛 東北大学教授 斎藤正三郎

論 文 内 容 要 旨

第 1 章 緒 言

潤滑グリースは基油（鉱油，シリコン油などの液体）と増ちょう剤（石けん，粘土などの油に不溶の固体）からなる半固体状の潤滑剤である。グリースの中では増ちょう剤が 3 次元的網目構造を作って分散し，その中に基油が保たれている。その網目構造の剛性のため重力程度の力では流動せず，そのため特別の密封機構がなくとも潤滑箇所の軸受内などに留まることができる。軸受が回転してせん断を受けるとグリースの網目構造は破壊され，粘度は基油粘度近くまで低下し，潤滑が行なわれる。また軸受が停止すると可逆的に構造の回復が行なわれ，流動性を失って軸受内に留まる。

すなわち，グリースは増ちょう剤の作る構造により，構造粘性を積極的に与えた潤滑剤であり，使用目的に適するよう流動特性を設定し，またその流動特性を使用中も安定に保持することが重要となる。グリースの流動特性は学問的にも興味ある対象なのでこれまでもレオロジー的研究はあったが，流動モデルの適用や流動機構の研究が中心で，実用性能との関係は明らかにされていなかった。

この研究では第 2 章と第 3 章において，流動特性の測定と流動機構の考察を行ない，第 4 章以下ではこれを基礎としてレオロジーの性質が重要な役割をする代表的な実用性能について流動特性との関係を明らかにし，目的に合う組成や製造法を選択する指針を確立した。

第2章 グリースの流動特性の測定

これまでのグリースの流動特性の測定ではグリースの特徴の最も現れる低ずり速度部の測定が不足していた。そのためこの研究の目的に適した粘度計の検討を行ない、電子計算機プログラムによって最適形状寸法を求め、図1のような円筒円すい形回転粘度計を製作して用いた。この型の粘度計はグリースに始めて適用されたものであるが、 $10^{-2} \sim 10^2 \text{ s}^{-1}$ におけるずり速度依存性と時間依存性を測定することができる。この粘度計と従来からあるASTM粘度計 ($10^{-1} \sim 10^4 \text{ s}^{-1}$) と組合せて図2のようにグリースの実用条件には対応する範囲の流動特性の取得を可能にした。

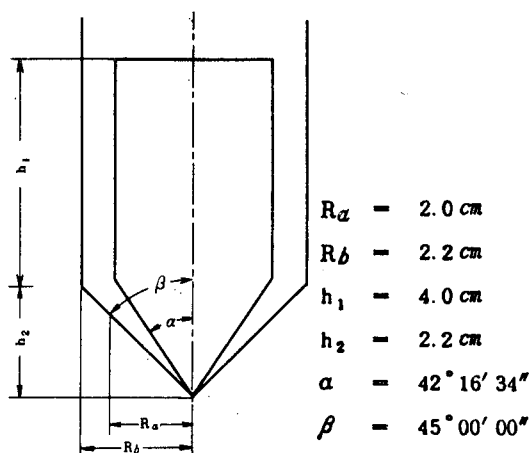


図1 円筒円すい型粘度計

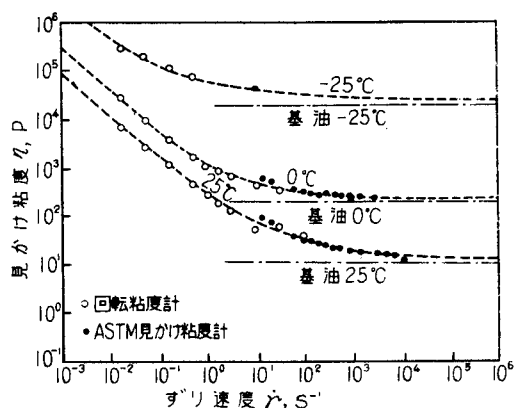


図2 グリース粘度測定結果の例

流動特性を定量的に検討するには流動方程式を適用するのがよいが、これまでは広い範囲の実測値によく合って使いやすいものがなかった。本研究では見かけ粘度 $\eta(P)$ とずり程度 $\dot{\gamma} (s^{-1})$ との関係式としてビンガム塑性体の式 $\eta = a + b\dot{\gamma}^{-1}$ から出発した。

$$\eta = a + b\dot{\gamma}^{n-1} + c\dot{\gamma}^{m-1} \quad (1)$$

を適用し図2中の点線のようによく実測値に合うようにした。式(1)の係数はグリースの流動特性の特質を示すもので、測定値からこれらの係数を算出して実用性能との定量的対比を行なった。

第3章 グリースの組成，製造方法と流動特性

実用におけるグリースのレオロジー的挙動がグリース製造工程における流動特性の変化と関連することを予想し、新しい観点から製造工程中の高温における増ちょう剤の変化や仕上げ処理工程中の流動特性の変化を研究して実用における変化に対応する新しい事実を見出した。

例えば現在最も広く使われるリチウムステアレートグリースとリチウムハイドロオキシステアレートグリースの増ちょう剤結晶のでき方には電子顕微鏡による観察で図3のような違いがあり、これが両グリースの高温での挙動の違いとなっている。また冷却を終ったグリースにロール処理などのせん断を与えて不可逆的変化を完結させレオロジー的性質を安定化する仕上処理において

も両グリースは対照的に挙動する。すなわち図4においてリチウムステアレートグリースは仕上げ処理前はずり速度一定の測定においてずり応力極大があり時間依存性を示すが、仕上げ処理後はこれが消失するとともに大幅に軟化しずり速度依存性も小さくなる。リチウムハイドロオキシステアレートグリースはこれとまったく反対の変化を示す。結局両グリースは仕上げ処理における変化においてもまた完成したグリースの流動特性においてもまったく対照的な対応を示す。この原因は図3に示したような製造工程における転移の形態と分散の差によることを確かめた。

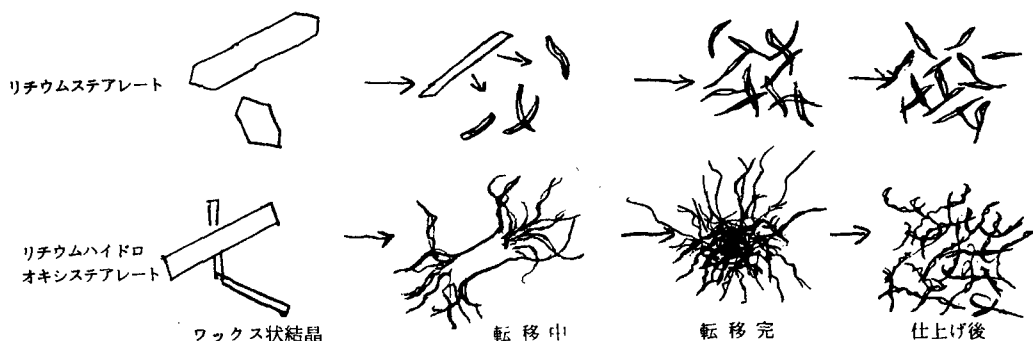


図3 リチウムステアレートとリチウムハイドロオキシステアレートグリースの増ちよう剤の製造中の変化

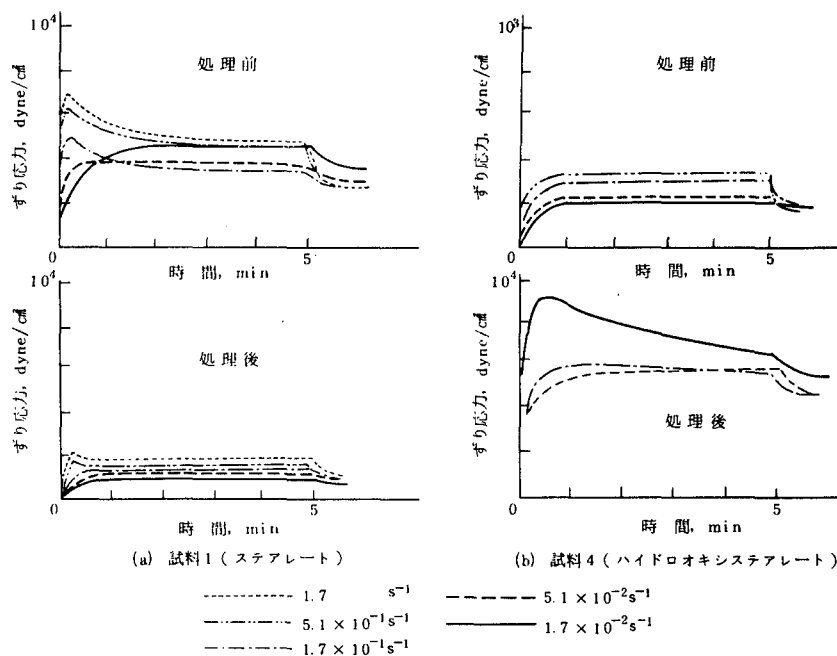


図4 ロール処理前後の流動特性の変化

第4章 グリースの高温性能と流動特性

グリースにあっては成分が酸化等の劣化による変化を受けなくとも、使用中に一時的に温度が上るだけで流動特性に決定的変化を受け使用に耐えなくなることがある。特にこのような高温性能の必要な自動車のホイールベアリンググリースに起る流動特性変化の幾つかの典型的故障について実験室的再現を行ない、前項で得られた製造工程中の流動特性の変化や増ちょう剤の電子顕微鏡観察と対比して故障の原因を検討した。その結果実用での故障の原因となるグリースの流動特性の変化は表1に示すように製造工程における変化が逆行したものであることを見出した。以上のことから高温になるホイールベアリング用のグリースとしては、高温で増ちょう剤の転移を起しにくく、また溶融した増ちょう剤石けんが基油に溶解し分離することのないリチウムハイドロオキシステアレートとナフテン基油の組合せによるものが適しているとの結論を得た。

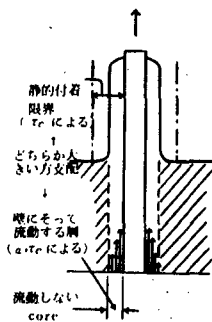
表1 高温でのグリースの流動特性の変化と製造工程での変化の対応

高 温 で の 変 化	増ちょう剤構造に起る変化	製造工程での変化との対応
ナトリウムグリースの130℃での軟化，リチウムステアレートグリースの150℃での軟化	増ちょう剤結晶の転移	製造工程では急冷によって避けた望ましくない結晶への転移
ナトリウムグリース，リチウムステアレートグリースの加熱冷却後の硬化	増ちょう剤網目構造の再構成	仕上げ処理工程でのせん断により不可逆的軟化を完了させた変化のもどり。
水とともに加熱されたリチウムステアレートグリースの軟化	増ちょう剤の板状結晶への転移	水の共存によるけん化工程後に生ずるワックス状結晶へのもどり。

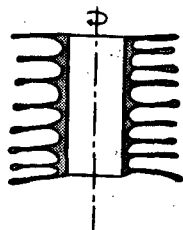
第5章 グリースの付着性と流動特性

グリースには付着性が重要とはよく言われるが、付着性の内容が明らかでなく、したがって付着性向上の対策も定まらなかった。ここでいう付着性は固体面にグリースが付着して外力が働いた場合、その面にどの程度に残留できるかを指し図5のような場合があると考えた。外力が面に対して平行に働く(a)は容器壁への付着残留の場合で、後の集中給油系でのグリースリザーバーからの吸い込み性のところで検討した。外力が面に対して垂直に働く(b)は高速回転体への付着残留の場合で、潤滑剤の付着性としてはこの方が問題とされる。そこで円筒側面に試料を塗り、これを回転して残留する量を測ることにより付着性を求めた。付着性についてはニュートン流体についても明らかにされていないので、まず鉱油について測定を行ない、付着量 y (mg/cm²)と加速度 x (重力の加速度 g の倍数)の対数は直線関係にあり、式(2)の成立することを明らかにした。

$$y = k x^{f-1} \quad (2)$$



(a) 静置層からの引上げ



(b) 回転体への付着

図5 付着性の分類

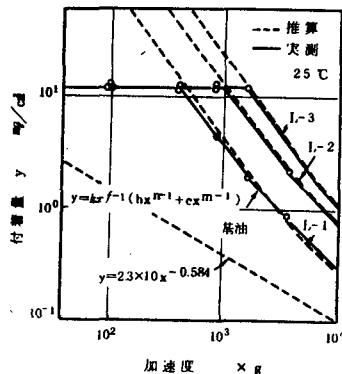


図6 グリースの付着性

(L-1, L-2, L-3 は基油が同じで
石けん含有量の違うLi 石けんグリース)

一方非ニュートン流体の場合は図6のようで、グリースの付着性は基油についての式(2)に流動方程式(1)の非ニュートン部分 $bx^{n-1} + cx^{m-1}$ を乗じた式(3)によって示されることを見出した。

$$y = kx^{f-1}(bx^{n-1} + cx^{m-1}) \quad (3)$$

すなわちグリースにしたためその非ニュートン部分だけ基油に対し付着性が向上したことになる。固体表面の違いは影響なく、付着性向上剤とされているものも流動特性を変える分だけ付着性を変えられることもわかった。結局付着性を支配するものはバルクの流動特性であり、鉱油の場合でもグリースの場合でも問題となる加速度における付着性は式(2)(3)を用いて流動性測定結果から推算できる。

第6章 グリースのころがり軸受におけるトルクと流動特性

グリースによるころがり軸受のトルクも流動特性と関連の深い現象であるが、理論も実験も不足している。本研究では回転粘度計を改造し試料グリースの代りに試験軸受を回転して始動から停止にいたるトルクの変化を段階的に測定した。その結果トルクと流動特性とは類似の関係にあり、このような条件においては軸受の中はグリースで満たされ、軸受は一種の回転粘度計として働いている。しかしグリースの種類によっては回転数増減のサイクルによってトルク的大幅な低下を来す。これは到達した回転数に応じたすきまがグリース層に生ずることによる。このすきま

の発生はまたグリースの流動特性によるものであって、前に図4に示したように時間依存性やずり速度依存性が違うリチウムステアレートとリチウムヒドロキシステアレートグリースは軸受トルクにおいてもまったく対照的に挙動し、前者はチャージング型、後者はチャネルリング型となることを見出した。このような両者の違いはより実用に近い10,000rpmでの軸受試験でも同様に表れ、引続いて行った150℃の高温での軸受潤滑寿命試験においても両グリースの軸受内での挙動の違いの影響があり、軸受内で連続的にかき回されることのないヒドロキシステアレートの方が寿命が長いことを認めた。

第7章 集中給油系における問題とグリースの流動特性

グリースの集中給油系ではグリース容器（リザーバー）に貯えられたグリースがポンプで底から吸い込まれ、長い管路を通して潤滑箇所送到される。したがって集中給油系におけるグリースの流動の問題としては、管路の中の圧力損失とリザーバーへの付着残留の問題がある。

管路の圧力損失については計算と小型給油系を用いた実測とを行い、流動方程式(1)の各係数の影響を検討し、条件に応じたグリース組成選択の指針を明らかにした。一方リザーバーからの吸い込み性については図5(b)の場合として理論計算と実験を行ない、多くの場合は塑性による付着よりも流動しないコアによるかき取りが支配的であり、ビンガム塑性体としたときの降伏応力が大きく粘性が小さいものが残留が少ないことを明らかにした。

第8章 総 括

本研究ではレオロジー的に特異な性質をもった潤滑グリースの流動特性と実用性能との関係を研究し、次の成果を得た。

(1) 本研究で初めてグリースに適用した円筒円すい型回転粘度計により、今まで十分データのなかったグリースの低ずり速度のずり速度依存性と時間依存性を明らかにした。

(2) 上記回転粘度計と従来のASTM見かけ粘度計と組合せた広範囲のずり速度範囲($10^{-2} \sim 10^4 \text{ s}^{-1}$)の実測値によく合う流動方程式(1)を用いて流動特性と組成、製造条件との関係や実用性能との関係の定量的解析を可能にした。

(3) グリースの流動特性と関係が深いといわれながら理論的に内容がはっきりしなかったグリースの実用性能、高温における流動特性の変化、付着性、ころがり軸受でのトルクおよび集中給油系での問題についてまず評価法を確立してそれぞれの性能と流動特性の関係を明らかにした。その結果と先に得られた組成や製造条件との関係と合せ、グリースの最適流動特性設定の指針を得た。

審 査 結 果 の 要 旨

潤滑グリースは主に鉱油に適切な石けんを添加し、その石けんが作るミセルのコロイド的網目構造によって半固体状に油を保持した工業的潤滑剤であるが、その潤滑特性と網目構造との関係は従来必ずしも明らかでなかった。本論文は流動特性を決定するものとしてレオロジー測定を行い、その特性と電子顕微鏡による網目構造の観測とを関連づけるとともに、各種の実用潤滑性能との相関を研究した結果をまとめたもので、全文8章よりなる。

第1章は緒論である。

第2章はグリースの流動特性の測定結果で、とくに実用性能と対応するずり速度での測定を可能にする回転粘度計を試作し、広範囲のずり速度にわたる粘度の新しい実験式を提出している。

第3章では、石けんとして広く実用されるステアリン酸リチウムを選び、鉱油と共にグリースを製造する条件と、電子顕微鏡により観測した各石けんミセルの網目構造との関係を明らかにし、さらにそれぞれの粘度のずり速度依存性の相違を網目構造から解明している。

第4章では、グリースの200℃迄の高温における流動性の変化が石けんの網目構造の結晶への変化と対応することを見出し、鉱油と石けんの溶解性の高いものほど軟化温度が高いことを認めている。

第5章では、グリースの器壁への付着性を回転円筒上に塗布したグリースの飛散残留量から定量的に評価することを試み、グリースの付着性は鉱油に較べて粘度の非ニュートン部分だけ増大することを明らかにしている。

第6章はグリース潤滑したころがり軸受のトルクと流動性との相関を検討した結果で、粘度のずり速度、時間依存性の差がチャンネリング現象などに関係することを示している。

第7章では、とくに集中給油系における問題を取り上げ、ポンプでグリースを圧送するときの管路圧力損失などを本研究で明らかにした流動特性に基づいて検討している。

第8章は総括である。

以上要するに、本論文はグリースの流動特性を、石けんと鉱油の溶解性、ミセルの網目構造に基づいて解明するとともに、実用潤滑性能との関連、さらに製造条件についても有用な知見を加えたもので、潤滑工学および材料化学の発展に寄与するところが少なくない。

よって、本論文は工学博士の学位論文として合格と認める。